

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 195 05 708 A 1**

⑳ Aktenzeichen: 195 05 708.2
㉑ Anmeldetag: 20. 2. 95
㉒ Offenlegungstag: 22. 8. 96

㉓ Int. Cl.⁸:
B 01 J 20/28
B 01 J 20/26
H 01 B 3/02
H 01 B 3/30
E 04 B 1/64
B 65 D 81/26
D 06 N 3/00
C 09 K 3/32
C 09 K 17/18
// C 09 K 17/20, 17/32,
C 08 L 33/02, 33/18,
33/26, 35/00, 29/04,
31/04, 39/04, 39/06,
41/00, 1/26, 3/00, 5/00

DE 195 05 708 A 1

㉔ Anmelder:
Chemische Fabrik Stockhausen GmbH, 47805
Krefeld, DE

㉕ Vertreter:
Klöpsch, G., Dipl.-Ing. Dr.-Ing., Pat.-Anw., 50667 Köln

㉖ Erfinder:
Brüggemann, Helmut, Dr., 47057 Duisburg, DE;
Dahmen, Kurt, Dr., 41239 Mönchengladbach, DE;
Lehwald, Dieter, 50931 Köln, DE; Theilmann, R. land,
47805 Krefeld, DE

㉗ **Flächenförmige, superabsorbierende Gebilde**

㉘ Die Erfindung betrifft flächenförmige Absorptionsmittel für Wasser und wäßrige Lösungen, die
A) wenigstens ein wasserquellbares, synthetisches und/oder natürliches superabsorbierendes Polymer und
B) wenigstens ein wasserlösliches, synthetisches und/oder natürliches Polymer
als flächenförmig ausgebildete Matrix, in die die superabsorbierende Komponente A) ein- oder angebunden ist, in definierter Verteilung enthält. Die flächenförmigen Absorptionsmittel weisen eine erhöhte Aufnahmefähigkeit gegenüber Wasser und wäßrigen Flüssigkeiten, insbesondere unter Belastung auf. Sie werden hergestellt, indem man aus den wasserlöslichen synthetischen und/oder natürlichen Polymeren B) eine flächenförmige Matrix ausbildet und diese mit dem wasserquellbaren synthetischen und/oder natürlichen Superabsorber A) versieht, z. B. indem eine Lösung der Matrix B) auf eine Fläche aufgebracht, diese mit der Komponente A) bestreut und die so erhaltene Flächenstruktur dann getrocknet wird. Derartige flächenförmige Absorptionsmittel werden in Hygieneartikeln, als Komponenten in natürlichen oder künstlichen Banden, als Isoliermaterial für Rohr und Leitung, vor allem Kabel, und Baukonstruktionen, als flüssigkeitsaufnehmende und -speichernde Komponenten in Verpackungsmaterialien, als Teil in Bekleidungsstücken sowie als Speicher zur kontrollierten Freisetzung eines Wirkstoffs eingesetzt.

DE 195 05 708 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft flächenförmige Absorptionsmittel für Wasser und wäßrige Lösungen, Verfahren zur Herstellung der flächenförmigen Absorptionsmittel sowie deren Verwendung.

Flächenförmige Absorptionsmittel eröffnen die Möglichkeit, superabsorbierende Polymere (SAP) in Pulver- oder Granulatform in beliebiger Anordnung in/auf eine bzw. mehrere Flächen zu fixieren. Diese Fixierung geschieht dann in optimaler Form für den späteren Anwendungszweck wie für Babywindeln, Erwachseneninkontinenz, für Kabelummantelungen, für Bodenverbesserer, für Verpackungsbeilagen in der Nahrungsmittelindustrie, für die Tierhygiene, für Wundabdeckungen und für Wischtücher.

Um eine für den späteren Anwendungszweck optimale Verteilung eines pulverförmigen, superabsorbierenden Polymeren zu erreichen und diese zu fixieren, wurden verschiedene Möglichkeiten beschrieben.

In EP 212 618 B1 werden Windelkonstruktionen beschrieben, in denen Polymerisate mit bestimmter Korngrößenverteilung in einer Cellulosefaserschicht verteilt werden. Eine solche Konstruktion ist jedoch bezüglich der Verteilung des superabsorbierenden Polymeren nicht hinreichend stabil, insbesondere kann sich die Verteilung des SAPs während des Transportes in unerwünschter Weise ändern, wodurch beispielsweise in einer Windel eine ungleichmäßige Absorption erfolgt.

Eine weitere Möglichkeit pulverförmige, superabsorbierende Polymeren in einer bestimmten Anordnung zu fixieren, beschreibt EP 425 269 A2, derzufolge die SAPs an thermoplastische, wasserunlösliche Fasern angebunden werden. Das Anbinden des SAPs an die Faser geschieht dann in der Form, daß eine oberflächlich angeschmolzene Faser mit dem pulverförmigen, superabsorbierenden Polymeren in Kontakt gebracht wird. Die Fasern ihrerseits werden untereinander in gleicher Form fixiert. Der Nachteil dieses Verfahrens besteht darin, daß die Absorptionskapazität des pulverförmigen, superabsorbierenden Polymeren nicht voll ausgenutzt wird. Ein Teil des SAPs wird vom thermoplastischen Kunststoff überzogen und dann von Wasser oder wäßrigen Lösungen nicht mehr erreicht.

EP 547 474 A1 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von absorbierenden Materialien, in denen superabsorbierende Polymere verteilt sind. Die so erhaltenen absorbierenden Materialien besitzen eine Absorptionskapazität, die geringer ist, als es dem Anteil des in den Materialien eingearbeiteten SAP entspricht, d. h. aufgrund der Auswahl der verwendeten Materialien und des angewendeten Herstellungsprozesses ein Teil des SAP blockiert. Die Art des verwendeten Matrixmaterial ist auch insofern eingeschränkt, daß der Schmelzpunkt dieses Materials über der Zersetzungstemperatur des SAP liegen muß.

Die EP 303 445 A1 beschreibt ein absorbierendes Flächengebilde, in dem auf einem Träger ein wasserhaltiges SAP fixiert wurde. Die Verwendung dieses Gebildes ist auf ein Pflaster als Medikamentenreservoir eingeschränkt.

Die JP Appl No. 75-85462 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von superabsorbierenden Flächen aus einem Stärke — Pflanzpolymeren, das in einem wasserlöslichen, filmbildenden Polymeren eingebunden ist.

Als unverzichtbarer dritter Bestandteil wird in dieser Druckschrift ein Material genannt, das als Basismaterial fungiert. Das superabsorbierende Polymere wird mit dem löslichen, filmbildenden Polymeren auf diesem Basismaterial fixiert.

EP 604 730 A1 beschreibt SAP enthaltende Gebilde, die in Wasser zerfallen. Neben dem SAP sind dispergierbare Polymere und Weichmacher als unverzichtbare Komponenten genannt. Keinesfalls erfüllen die gemäß dieser Anmeldung hergestellten Gebilde die Forderung nach einer definierten Anordnung eines Superabsorbers in einer Matrix, da die in dieser Schrift beschriebenen Verfahren wie Extrudieren, Mischen oder Vermengen dazu völlig ungeeignet sind.

Nach dem Desintegrieren der beschriebenen Flächengebilde verbleiben neben dem Superabsorber auch Partikel, das Matrixmaterial ist also nicht wasserlöslich.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, eine superabsorbierende Fläche mit einer definierten Anordnung superabsorbierender Polymere bei voller Ausschöpfung des Quellvermögens der superabsorbierenden Polymeren bereitzustellen, d. h. ohne kapazitative Einbußen des Absorptionsvermögens.

Eine weitere Aufgabe der Erfindung ist es, Herstellungsverfahren zu finden, nach denen eine solche Fläche auf einfachem und kostengünstigem Wege herzustellen ist. Außerdem sollte die Fläche nicht, wie in der japanischen Patentanmeldung Nr. 75-85462 beschrieben, auf einem Untergrund fixiert sein, so daß die Verwendung einer solchen Fläche universeller bleibt.

Die Aufgabe wird gelöst durch ein flächenförmiges Absorptionsgebilde für Wasser oder wäßrige Flüssigkeiten, enthaltend

- A) wenigstens ein wasserquellbares, synthetisches und/oder natürliches Polymer und
- B) wenigstens ein wasserlösliches, synthetisches und/oder natürliches Polymer,

wobei die Komponente A in der als flächenförmig ausgebildeten Matrixkomponenten B definiert ein- oder angebunden ist.

Durch diese Kombination wird die Aufnahmekapazität des superabsorbierenden Polymers nicht reduziert, da sich die Matrix beim Kontakt mit Wasser oder wäßrigen Flüssigkeiten löst und somit das Quellen des SAP nicht behindert. Durch diese Ausführung ist es möglich, die Aufnahmegeschwindigkeit des erfindungsgemäßen Absorptionsmittels für Wasser oder wäßrige Flüssigkeiten zu steuern, außerdem kann die Flexibilität eines solchen Absorptionskörpers je nach beabsichtigtem Einsatz eingestellt werden.

Als Grundlage für die Matrix kommen sowohl synthetische, wasserlösliche, filmbildende Polymere wie Polyvinylalkohole, Polyalkylallylether, Polyglykolether, Polyvinylpyrrolidone, Polyacrylate, Polymethacrylate sowie deren Derivate und Copolymere sowie natürliche, wasserlösliche, filmbildende Polymeren wie Guar, Alginate,

Agar Agar, Xanthan, Pektin und Stärke u.ä. sowie chemisch modifizierte Rohstoffe wie Ether und/oder Ester und/oder Hydrolysate und/oder Oxidationsprodukte von Polysacchariden oder Proteinen wie Cellulose, Amylose, Stärke oder Weizenkleber in Frage sowie Copolymerisate und/oder Pfropfpolymerisate auf Basis natürlicher oder synthetischer Polymere.

Die Auswahl des Matrixmaterials hängt nicht zuletzt vom beabsichtigten Einsatzzweck ab. Durch das Matrixmaterial läßt sich die Flexibilität der superabsorbierenden Fläche in weiten Bereiche variieren. Bei vorgegebener Matrix kann die Flexibilität der superabsorbierenden Fläche auch durch Zuschlagstoffe wie Weichmacher oder plastifizierende Mittel wie 2-Ethylhexanol, Glycerin und Phthalsäureester, jedoch auch durch Füllstoffe wie Kreide, Pigmente und Fasern verändert werden.

Die Basis des eingesetzten SAPs kann sowohl ein synthetischer Stoff wie ein wasserquellbares Polymer und/oder Copolymer auf Basis von (Meth-)acrylsäure, (Meth-)acrylnitril, (Meth-)acrylamid, Vinylacetat, Vinylpyrrolidon, Vinylpyridin, Maleinsäure(anhydrid), Itakonsäure(-anhydrid), Fumarsäure, Vinylsulfonsäure sowie die Salze, die Amide, die N-Alkylderivate, die N,N-dialkylderivate und die Ester der polymerisierbaren 5 Säuren, als auch ein Stoff nativen Ursprungs wie Produkte aus Guarkernmehl, Carboxymethylcellulose, Xanthan, Alginate, Gummi Arabicum, Hydroxyethylcellulose, Hydroxypropylcellulose, Methylcellulose, Stärke und Stärkederivate sowie teilweise vernetzte Produkte daraus sein. Es können auch Mischungen oder Copolymerisate bzw. Pfropfpolymerisate der zuvor genannten Komponenten eingesetzt werden.

Bevorzugte Materialien sind teilneutralisierte, schwachvernetzte Polymere und Copolymere der Acrylsäure und des Acrylamids, Pfropfpolymerisate der Stärke, sowie vernetzte Stärken und Cellulosederivate. Geeignete Produkte sind z. B. die kommerziell erhältlichen FAVOR®- und Stockosorb®-Typen der Chemischen Fabrik Stockhausen GmbH.

Die Kornverteilung des eingesetzten pulverförmigen, superabsorbierenden Polymeren kann in weiten Grenzen variieren — es kommen Körner im Bereich von 0,1 µm bis zu 20.000 µm in Betracht. Bevorzugt sind solche Kornfraktionen, die in einem Bereich von 1 µm bis zu 5000 µm liegen. Besonders bevorzugt sind solche Kornfraktionen, die in einem Bereich von 20 bis 1000 µm liegen.

Die Korntraktion an SAP, die in die Fläche eingebracht, wird richtet sich wesentlich nach dem für die Folie vorgesehenen Anwendungszweck. Während in Windeln für gewöhnlich Kornfraktionen von etwa 500 µm verwendet werden, werden in der Landwirtschaft Kornfraktionen um 1000 µm, in der Kabelindustrie Korngrößen um 100 µm und geringer bevorzugt.

Die Herstellung der superabsorbierenden Fläche geschieht erfindungsgemäß durch die Kombination der zuvor genannten Komponenten. Dazu wird durch geeignete Verfahren wie Sprühen, Streichen und Rakeln eine viskose Lösung des wasserlöslichen Polymeren auf eine Fläche wie ein Metallblech, silikonisiertes Papier oder eine PTFE-Folie aufgebracht.

Diese Fläche kann sowohl ein ebenes, großflächiges Gebilde als auch die Oberfläche einer Kugel sein.

Anschließend wird das wasserlösliche Polymer auf der Fläche mit einem superabsorbierenden Polymeren bestreut. Das so erhaltene Produkt wird bei geeigneten Temperaturen, d. h. bei Temperaturen zwischen den üblicherweise beim Gefriertrocknen angewandten Temperaturen und 300°C, vorzugsweise bei Temperaturen zwischen 50°C und 240°C, gegebenenfalls unter vermindertem Druck, getrocknet.

Zum Trocknen des Flächengebildes können auch die Mikrowellentechnik oder Gefriertrocknungstechniken angewendet werden.

Im Zuge der Herstellung der absorbierenden Flächengebilde, insbesondere bei deren Trocknung, kann es gegebenenfalls zu chemischen bzw. physikalischen Bindungen zwischen dem Matrixmaterial B und der absorbierenden Komponente A kommen. Als Beispiel für eine chemische Bindung sei hier die Veresterungsreaktion genannt, die zwischen Carboxyl- und Hydroxylgruppen stattfinden kann. Physikalische Bindungen ergeben sich z. B. durch Verschlaufungen oder Verhakungen der Polymermoleküle im Oberflächenbereich der Komponente A bzw. durch Wechselwirkungen funktioneller Gruppen der Polymermoleküle in den Komponenten A und B.

Nach dem Trocknen wird das superabsorbierende Flächengebilde von der verwendeten Hilfsfläche abgelöst.

Eine weitere bevorzugte Herstellung der superabsorbierenden Fläche geschieht erfindungsgemäß, indem eine Folie oder eine andere, aus dem Matrixmaterial gebildete Fläche mit einem SAP bestreut wird und die Mischung anschließend mit Wasser oder einer wäßrigen Lösung oder einem anderen Lösungsmittelgemisch befeuchtet wird, oder indem eine Folie oder eine andere, aus dem Matrixmaterial gebildete Fläche mit einem befeuchteten SAP bestreut wird und diese Fläche dann anschließend getrocknet wird.

Eine weitere bevorzugte Herstellung der superabsorbierenden Fläche geschieht erfindungsgemäß, indem eine Folie oder eine andere, aus dem Matrixmaterial gebildete Fläche mit einem SAP bestreut wird und diese Mischung bis zur Erweichung des Matrixmaterials erhitzt wird. Die so gebildete Fläche kann dann noch, um das superabsorbierende Polymer besser in der Matrix zu fixieren, kalandriert werden. Voraussetzung für dieses Verfahren ist, daß das verwendete Matrixmaterial Thermoplastizität besitzt.

Eine weitere bevorzugte Herstellung eines erfindungsgemäßen absorbierenden Flächengebildes geschieht durch Extrudieren des Matrixmaterials. Das SAP wird vor, während oder nach dem Extrudieren dem Matrixmaterial in geeigneter Form (bezüglich der Korngröße und des Dosiervorgangs) zugeführt.

Eine definierte Anordnung des SAP in einer Fläche ist dann auch so zu erreichen, daß das Matrixmaterial mit dem SAP zu Fasern extrudiert wird und die Fasern anschließend mit geeigneten Verfahren (Luftstrom, Blasformen) flächig angeordnet werden.

Eine solche definierte Anordnung ist während des Herstellungsvorgangs leicht durch das Benutzen einer Schablone bzw. durch bestimmte Streuanordnungen während des Aufbringens des pulverförmigen, superabsorbierenden Polymeren zu realisieren. Durch Schichtung mehrerer superabsorbierender Flächen lassen sich räumlich definiert Absorberstrukturen schaffen, die zudem in Absorptionsgradienten aufweisen können.

Optional kann ein erfindungsgemäßes Flächengebilde auch direkt während der Herstellung einer wasserlöslichen Folie gebildet werden, d. h. daß der Superabsorber bei einem geeigneten Verfahrensschritt während der Herstellung der flächenförmigen Matrix direkt in diese eingebracht wird.

Das Verhältnis von superabsorbierendem Polymer und Matrix kann in weiten Grenzen variiert werden, es kann zwischen Matrix: SAP = 1 : 1000 bis 100 : 1 liegen. Bevorzugt sind Verhältnisse von Matrix: SAP = 1 : 100 bis 10 : 1, besonders bevorzugt sind Verhältnisse von Matrix: SAP = 1 : 25 bis 2 : 1.

Während bei der Konstruktion von Windeln in der Regel hohe SAP- und geringe Matrixkonzentrationen wünschenswert sind, werden in anderen Bereichen für Pflanzgefäße oder für Beilagen in Lebensmittelverpackungen oft geringere SAP-Konzentrationen bevorzugt. Das Verhältnis von SAP/Matrix richtet sich also im wesentlichen nach dem beabsichtigten Einsatzzweck.

Die Dicke der absorbierenden Fläche läßt sich sowohl über die Menge der eingesetzten Matrix beeinflussen als auch über die Körnung und die Menge an eingesetztem SAP. Sie kann zwischen 0,2 µm und 30.000 µm liegen, bevorzugt sind solche Flächen, die eine Dicke von 1 bis 6000 µm aufweisen, besonders bevorzugt sind Flächendicken zwischen 20 µm und 2000 µm. Auch die Dicke der absorbierenden Fläche muß je nach beabsichtigten Einsatzzweck angepaßt werden. So muß die Schichtdicke einer Fläche, welche für Windelkonstruktionen oder in der Damenhygiene vorgesehen ist, möglichst gering sein, um den Tragekomfort der Windel zu erhöhen. Bei Flächen, die für eine Depotzubereitung vorgesehen sind, kann eine höhere Dicke zu einer wünschenswerten Verzögerung der Freisetzung des Depotmaterials führen.

Überraschenderweise wurde nun festgestellt, daß solche Flächen ein Absorptionsvermögen für Wasser oder wäßrige Lösungen besitzen, wie es dem Anteil an eingebrachtem superabsorbierendem Material entspricht. Ein kapazitiver Verlust im Aufnahmevermögen des Superabsorbers, wie er aufgrund der Anwesenheit des Matrixmaterials zu erwarten ist, entsteht nicht. Dies gilt sowohl für die Gesamtaufnahme als auch für die Retention (Aufnahme mit anschließender Druckbelastung) als auch für Aufnahmen während einer Druckbelastung (Absorption under Load).

Weiterhin wurde überraschend festgestellt, daß die Aufnahmegeschwindigkeit für Wasser oder wäßrige Lösungen solcher Flächen vom Verhältnis des Matrixmaterials zum superabsorbierenden Polymeren abhängt. Die Aufnahmegeschwindigkeit läßt sich also durch das Verhältnis SAP/Matrix und natürlich auch durch die Art des Matrixmaterials steuern und zwar in der Weise, daß ein höherer Matrixanteil zu einer Reduktion der Aufnahmegeschwindigkeit führt.

Die erfindungsgemäßen, superabsorbierenden Flächen erfüllen die Forderung nach einer definierten Anordnung des superabsorbierenden Polymeren auf einer Fläche, wie sie vorteilhaft in Hygieneartikeln anwendbar ist. Die Vorteile der definierten Anordnung von Superabsorbieren in Hygieneartikeln sind in der EP 212 618 B1 beschrieben und ergeben sich beispielsweise daraus, daß die Flüssigkeitsbelastung in einer Windel uneinheitlich ist. Somit sind in einer Windel Stellen mit hoher und niedriger SAP-Konzentration erforderlich.

Testmethoden

Teebeuteltest (TBT)

Zur Bestimmung des Absorptionsvermögens wurde der TBT durchgeführt. Als Prüflösung wurde (soweit nicht anders erwähnt) eine 0,9%ige NaCl-Lösung verwendet.

Aus der absorbierenden Fläche wird ein Stück Material ausgestanzt, das etwa 0,2 g des SAPs enthält. Dieses Stück wird in einem Teebeutel eingewogen. Anschließend wird der Teebeutel für eine definierte Zeit in die Testlösung gelegt. Nach fünfminütiger Abtropfzeit wurde der Teebeutel ausgewogen (Bestimmung des TBT max.), anschließend wurde der Teebeutel in einer Zentrifuge (handelsübliche Wäscheschleuder, 1400 Upm) abgeschleudert. Danach wurde wiederum ausgewogen (Bestimmung des TBT ret.).

Durch mehrere Tests mit dem selben Material und unterschiedlichen Tauchzeiten kann die Aufnahme als Funktion der Tauchzeit (Aufnahmegeschwindigkeit) des superabsorbierenden Flächengebildes für Wasser bzw. wäßrige Lösungen bestimmt werden.

Die Flüssigkeitsaufnahme wird entweder auf 1 g der Fläche, auf 1 g des eingesetzten SAPs oder auf 1 m² der Fläche berechnet.

Absorption under Load (AUL)

Um das Flüssigkeitsaufnahmevermögen unter Druck zu bestimmen, wurde die "Absorption under Load", wie in der EP 339 461 beschrieben, bestimmt.

Abweichend von dieser Vorschrift wurde ein kreisrundes Stück des superabsorbierenden Körpers von der Größe des Innendurchmessers des AUL-Tiegels als Prüfsubstanz eingesetzt. Die Flüssigkeitsaufnahme wurde entweder auf 1 g des Körpers, auf 1 g des eingesetzten SAPs oder auf 1 m² des Körpers berechnet.

Figurenbeschreibung

Fig. 1

Steurahmen

1 (helles Feld) durchlässiger Teil des Steurahmens

2 (dunkles Feld) undurchlässiger Teil des Steurahmens

Fig. 2

Windelkonstruktion

- 1 Laminate aus Poly(propylen) — Abdeckvlies und Poly(ethylen) — Folie
- 2 Auslaufschutz mit eingearbeiteten Gummifäden
- 3 Abdeckvlies aus Poly(propylen)
- 4 Poly(ethylen) — Folie auf der Rückseite
- 5 Umhüllung des Kerns aus Cellulosefasern
- 6 Kern, der das superabsorbierende Flächengebilde enthält.

Die Erfindung wird an den nachstehenden Beispielen erläutert.

Beispiele 1—3

Aus 25 g Vinol®205 (wasserlöslicher Polyvinylalkohol) und 75 g deionisiertem Wasser wird eine hochviskose Lösung hergestellt. Ein Teil dieser Lösung (vgl. Tabelle) wird auf einer Fläche (teflonisierte Folie o. ä.) von 270 cm² gleichmäßig ausgestrichen. Die so entstandene Fläche wird mit ca. 30 g Superabsorber FAVOR®SXM 100 (schwachvernetztes, teilneutralisiertes Polyacrylat) bestreut und anschließend für 5 Minuten bei einer Temperatur von 180°C getrocknet. Dann wird mit einem Pinsel der nicht fixierte Teil des Superabsorbers entfernt. Es werden flexible, superabsorbierende Flächen erhalten, die sich leicht von der Oberfläche (teflonisierte Folie) ablösen lassen.

Tabelle 1

Die Tabelle zeigt die Abhängigkeit der Aufnahmegeschwindigkeit vom Verhältnis Matrix : SAP, wobei mit sinkendem Matrixanteil die Aufnahme schneller wird.

Bsp.	Lösung	SAP	Vinol®205	TBT (30 sek.)	TBT (60 sek.)	TBT (30 min.)*
				max./ret.	max./ret.	max./ret.
	[g]	[g/m ²]	[g/m ²]	[g/g]/[g/g]	[g/g]/[g/g]	[g/g]/[g/g]
1	10	226	93	6/6	9/9	50/31
2	5	182	46	7/7	12/12	50/31
3	2,5	203	23	9/9	13/13	50/31
SXM 100	0	—	0	9/9	14/14	50/31

(die mit * gekennzeichneten TBT Werte beziehen sich auf die Menge an eingesetztem Superabsorber, die anderen TBT Werte beziehen sich auf das Flächengewicht.)

Beispiel 4

Es wird wie in Beispiel 2 verfahren, jedoch wird eine Lösung aus 1 g Mowiol®4/88 (wasserlöslicher Polyvinylalkohol der Hoechst AG) und 3 g Wasser auf einer Fläche von 476 cm² vorgelegt. Nach der Verarbeitung (vgl. Beispiel 1—3) erhält man einen flexiblen Film mit einem Superabsorberanteil von 189 g/m²; der Anteil an Mowiol®4/88 beträgt 21 g/m².

TBT: max./ret. [l/m²]/[l/m²] = 9,4/5,8; AUL (2·10³Pa) = 5,7 l/m²

Beispiel 5

Es wird wie in Beispiel 4 verfahren, jedoch wird statt des Mowiol®4/88 Mowiol®5/88 (wasserlöslicher Polyvinylalkohol der Hoechst AG) eingesetzt. Nach der Verarbeitung (vgl. Beispiel 1—3) erhält man einen flexiblen Film mit einem Superabsorberanteil von 144 g/m²; der Anteil an Mowiol®5/88 beträgt 21 g/m².

TBT: max./ret. [l/m²]/[l/m²] = 7,2/4,4; AUL (2·10³Pa) = 4,4 l/m²

Beispiel 6

Eine Lösung aus 200 g deionisiertem Wasser, 50 g Glycerin und 10 g Guarkernmehl (Typ 104 der Fa. Roeper) werden zu einer homogenen Lösung verrührt. Die Lösung wird auf eine Fläche von 3000 cm² ausgestrichen und mit 100 g FAVOR®SXM 100 bestreut. Die Fläche wird 4 Stunden bei 75°C getrocknet, anschließend wird das nicht anhaftende SAP mit einem weichen Pinsel entfernt.

Es wird eine absorbierende Fläche mäßiger Flexibilität erhalten mit einem SAP-Anteil von 200 g/m².

Beispiel 7

Es wird wie in Beispiel 6 verfahren, jedoch wird statt des Guarkernmehls Carboxymethylcellulose (Typ Walocel®40000 der Fa. Wolf Walsrode) verwendet. Außerdem wird 30 Minuten bei 130°C getrocknet. Die dabei erhaltene Fläche ist flexibel und hat einen SAP-Anteil von 180 g/m².

Beispiel 8

Es wird wie in Beispiel 7 verfahren, jedoch wird statt der Carboxymethylcellulose Acrakonz®BN (lösliches, anvernetztes, anionisches Emulsionspolymerisat auf Basis von Acrylsäurederivaten der Chemischen Fabrik Stockhausen GmbH) verwendet. Entsprechend der Konzentration des Acrakonz®BN wird eine entsprechend höhere Menge (24 g) dieses Produktes eingesetzt. Die dabei erhaltene Fläche ist flexibel und hat einen SAP-Anteil von 240 g/m².

Tabelle 2

Die Tabelle zeigt die Abhängigkeit der Absorptionsgeschwindigkeit von der Art der eingesetzten Matrixmaterialien.

Bsp. Nr.	SAP	TBT (30 sek.)	TBT (60 sek.)	TBT (300 sek.)
		max./ret.	max./ret.	max./ret.
	[g/m ²]	[g/g]/[g/g]	[g/g]/[g/g]	[g/g]/[g/g]
6	200	6/6	15/15	21/16
7	180	7/7	10/10	13/13
8	240	5/5	10/8	18/15

(Die TBT Werte beziehen sich auf das Flächengewicht.)

Beispiel 9

Ein Quadratmeter einer Folie aus Polyvinylalkohol (Reel L336; W/O 1483 der Firma Aquafilm Ltd, Dicke 20 µm) wird mit 50 ml einer Lösung aus 50% Wasser und 50% Ethylalkohol besprüht und anschließend mit 400 g FAVOR®SXM 100 bestreut. Das Pulver wird leicht an die Oberfläche angedrückt. Anschließend wird 5 Minuten bei 120°C getrocknet. Der nicht fixierte Teil an SXM 100 wird mit einem Staubsauger entfernt, es verbleiben 113 g/m².

TBT: max./ret. [l/m²]/[l/m²] = 5,7/3,5; AUL (2·10³Pa) = 3,5 l/m².

Beispiel 10

Ein Quadratmeter einer Folie aus Polyvinylalkohol (REEL L336; W/O 1483 der Firma Aquafilm Ltd, Dicke 50 µm) wird mit 50 ml einer Lösung aus 50% Wasser und 50% Ethylalkohol besprüht und anschließend mit 406 g FAVOR®SXM 100 bestreut. Das Pulver wird leicht an die Oberfläche angedrückt. Anschließend wird 5 Minuten bei 120°C getrocknet. Der nicht fixierte Teil an SXM 100 wird mit einem Staubsauger entfernt, es verbleiben 179 g/m².

TBT: max./ret. [l/m²]/[Wm²] = 8,9/5,5; AUL (2·10³Pa) = 5,4 l/m².

Beispiel 11

Eine Lösung aus 2 g Vinol 205, 2 g Glycerin und 6 g Wasser werden auf einer teflonisierten Folie auf einer Fläche von 14 · 44 cm verteilt. Anschließend wird eine Schablone (vgl. Fig. 1) aufgelegt. Die freien Flächen werden mit 9 g Favor SXM 100 bestreut. Die Fläche wird fünf Minuten bei 140°C im Umlufttrockenschrank getrocknet. Anschließend wird sie mit einer Lösung aus 0,25 g Vinol 205, 0,25 g Glycerin und 1,5 g Wasser besprüht. Anschließend wird nochmals unter den zuvor genannten Bedingungen getrocknet.

Die so erhaltene Fläche wird von der teflonisierten Folie abgelöst. Sie ist flexibel und zeigt ein Absorptionsvermögen, das dem des eingesetzten Superabsorbers entspricht.

Beispiel 12

Beispiel 11 wird wiederholt, jedoch wird kein Glycerin verwendet. Die erhaltene Fläche ist hart, spröde und kaum biegsam. Sie zeigt ein Absorptionsvermögen das dem des eingesetzten Superabsorbers entspricht.

Beispiel 13

Eine Lösung aus 2 g Vinol 205, 2 g Glycerin und 6 g Wasser werden auf einer teflonisierten Folie auf einer Fläche von 14 • 44 cm verteilt. Anschließend wird eine Schablone (vgl. Fig. 1) aufgelegt. Die freien Flächen werden mit 6 g Favor SXM 100 bestreut. Die Fläche wird fünf Minuten bei 140°C im Umlufttrockenschrank getrocknet. 5

Anschließend wird sie mit einer Lösung aus 0,25 g Vin 1 205, 0,25 g Glycerin und 1,5 g Wasser besprüht. Anschließend wird wieder die Schablone aufgelegt. Die freien Flächen werden mit 4,5 g-Favor SXM 100 bestreut. Anschließend wird nochmals unter den zuvor genannten Bedingungen getrocknet. 10

Das Besprühen, Auflegen der Schablone und Aufstreuen des SAP wird noch einmal mit 2,5 g SAP wiederholt. Letztlich wird noch einmal besprüht und getrocknet. Die so erhaltene Fläche wird von der teflonisierten Folie abgelöst. Sie ist flexibel und zeigt ein Absorptionsvermögen das dem des in allen Raumrichtungen definiert angeordneten Superabsorbers entspricht. 10

Beispiel 14

Ein Quadratmeter einer Folie aus Polyvinylalkohol (Reel L336; W/O 1483 der Firma Aquafilm Ltd, Dicke 20 µm) wird mit 50 g FAVOR®SXM 100 bestreut. Das Pulver wird leicht an die Oberfläche angedrückt. Anschließend wird eine zweite Folie aus dem gleichen Material aufgelegt. Die Fläche wird mit einer teflonisierten Folie abgedeckt und mit einem Bügeleisen (Einstellung 180°C) so lange gebügelt, bis die PVA-Folien und der Superabsorber miteinander verschmolzen sind. 20

Das Absorptionsvermögen der Fläche entspricht der Menge an eingesetztem SAP.

Beispiel 15

Aus der in Beispiel 13 hergestellten Folie wird gemäß Fig. 2 eine Windel konstruiert. Die verwendete PE Folie und das Polypropylenabdeckvlies sind Materialien aus einer Windelproduktion. 25

Die in Beispiel 13 hergestellte Fläche wird als Kern (6) eingesetzt.

Beispiel 16

10 • 15 cm der in Beispiel 2 beschriebenen Fläche werden in eine Verpackungsschale gelegt und mit einem handelsüblichen Küchentuch (Kleenex) abgedeckt. Ein tiefgekühltes Hähnchen (850 g) wird auf das Tuch gelegt. Das gesamte Tauwasser (Testdauer 18 h) wird von der erfindungsgemäßen Fläche aufgesaugt. 30

Beispiel 17

Beispiel 12 wird ohne Verwendung einer Schablone wiederholt. Statt des Favors wird Stockosorb 400 (schwachvernetztes Copolymer auf Basis von Acrylamid) verwendet. Aus dieser Fläche wurden Streifen mit der Größe 1•7,5 cm ausgeschnitten. Acht der Streifen werden gänzlich in einen Erde enthaltenden zylindrischen Blumentopf (10 cm Höhe, Durchmesser 8,5 cm) gesteckt. Die Erde wurde 5 Tage feucht gehalten. Die Folie hatte sich danach aufgelöst, das SAP befand sich in einer für z. B. die Pflanzenaufzucht geeigneten Anordnung in der Erde. 35

Beispiel 18

Beispiel 1 wird wiederholt, jedoch wird statt des Favors die gleiche Menge der in PCT/EP93/01060 Beispiel 9 genannten superabsorbierenden Depotmittelzubereitung verwendet. 45

1 cm² der so erhaltenen Fläche werden in einen Teebeutel eingeschweißt. Der Teebeutel wird eine Stunde in 50 ml einer 0,2%igen Kochsalzlösung eingehängt. 50

Nach einer Stunde wird die Kochsalzlösung erneuert.

Auch nach dem 5ten Zyklus zeigt die Blaufärbung der Kochsalzlösung eine Freisetzung des Wirkstoffs an.

Beispiel 19

Eine gemäß Beispiel 10 hergestellte Fläche wird nach dem in Beispiel 14 beschriebenen Verfahren auf ein Gewebe aufgebügelt, wie es für die Ummantelung von Kabeln verwendet wird. Der Verbund der erfindungsgemäßen Fläche mit dem Gewebe ist von hoher mechanischer Festigkeit, das Gewebeband hat seine Flexibilität nicht eingebüßt, die Absorption entspricht dem SAP-Anteil. 55

Fig. 1 zeigt die in Beispiel 11 verwendete Schablone. 60

Fig. 2 zeigt die Windelkonstruktion von Beispiel 15.

Patentansprüche

1. Flächenförmiges Absorptionsmittel für Wasser oder wäßrige Flüssigkeiten, enthaltend 65

A) wenigstens ein wasserquellbares, synthetisches und/oder natürliches Polymer und

B) wenigstens ein wasserlösliches, synthetisches und/oder natürliches Polymer,

wobei die Komponente A in der als flächenförmig ausgebildeten Matrixkomponenten B definiert ein- oder 7

angebunden ist.

2. Flächenförmiges Absorptionsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente A ein Polymer oder Copolymeres auf Basis von (Meth-)acrylsäure, (Meth-)acrylnitril, (Meth-)acrylamid, Vinylacetat, Vinylalkohol, Vinylpyrrolidin, Vinylpyridin, Maleinsäure(anhydrid), Itakonsäure(anhydrid), Fumarsäure, Vinylsulfonsäure, den Amiden, den N-Alkylderivaten, den N,N-Dialkylderivaten und den Estern dieser polymerisierbaren Säuren ist.

3. Flächenförmiges Absorptionsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente A ein schwach vernetztes, natürliches Polymer oder ein Polymer nativen Ursprungs ist wie Guarkernmehl, Carboxymethylcellulose, Xanthan, Alginate, Gummi Arabicum, Chitin, Chitosan, Agar-Agar, Hydroxyethylcellulose, Hydroxypropylcellulose, Methylcellulose, Stärke und Stärkederivate oder eine Mischung davon ist.

4. Flächenförmiges Absorptionsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Komponente A eine Mischung aus zwei oder mehreren der in den Ansprüchen 2 und 3 genannten Komponenten ist.

5. Flächenförmiges Absorptionsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente B ein wasserlösliches Polymer oder Copolymeres auf Basis von (Meth-)acrylsäure, (Meth-)acrylnitril, (Meth-)acrylamid, Vinylacetat, Vinylalkohol, Vinylpyrrolidon, Vinylpyridin, Maleinsäure(anhydrid), Itakonsäure(anhydrid), Fumarsäure, Vinylsulfonsäure, den Amiden, den N-Alkylderivaten, den N,N-Dialkylderivaten und den Estern dieser polymerisierbaren Säuren ist.

6. Flächenförmiges Absorptionsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente B ein lösliches, natürliches Polymer oder ein Polymer nativen Ursprungs ist wie Guarkernmehl, Carboxymethylcellulose, Xanthan, Alginate, Gummi Arabicum, Chitin, Chitosan, Agar-Agar, Hydroxyethylcellulose, Hydroxypropylcellulose, Methylcellulose, Stärke und Stärkederivate oder eine Mischung davon.

7. Flächenförmiges Absorptionsmittel nach den Ansprüchen 1, 5, 6, dadurch gekennzeichnet, daß Komponente B eine Mischung aus den Komponenten nach den Ansprüchen 5 und 6 ist.

8. Flächenförmiges Absorptionsmittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Verhältnis von B : A = 1 : 1000 bis 100 : 1 liegt, bevorzugt sind Verhältnisse von B : A = 1 : 100 bis 10 : 1, und besonders bevorzugt B : A = 1 : 25 bis 2 : 1.

9. Flächenförmiges Absorptionsmittel nach einem der Ansprüche 1—9, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponenten A und B teilweise chemisch miteinander reagiert haben.

10. Flächenförmiges Absorptionsmittel nach einem der Ansprüche 1—9, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponenten A und B rein physikalisch miteinander verknüpft sind.

11. Flächenförmiges Absorptionsmittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche in Form eines Films, eines Blattes, einer Folie oder eines Rollgutes, eines Laminats oder eines anderen Schichtproduktes.

12. Verfahren zur Herstellung eines flächenförmigen Absorptionsmittels nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß man aus wenigstens einem wasserlöslichen synthetischen und/oder natürlichen Polymeren (B) eine flächenförmige Matrix ausbildet und diese mit einem wasserquellbaren synthetischen und/oder natürlichen Polymeren (A) versieht.

13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß man

a) eine Lösung der Komponente B in Wasser oder einer wäßrigen Lösung herstellt,

b) diese Lösung auf eine Fläche aufbringt,

c) diese Fläche mit Komponente A bestreut und

d) die erhaltene Flächenstruktur trocknet.

14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß man die Schritte b und c mehrmals, gegebenenfalls mit zwischengeschalteten Trocknungen, wiederholt.

15. Verfahren nach Anspruch 13—14, dadurch gekennzeichnet, daß man das flächenförmige Absorptionsmittel abschließend gemäß Anspruch 13 Schritte b und d behandelt.

16. Verfahren nach Anspruch 13—15, dadurch gekennzeichnet, daß man die Lösung der Komponente B durch Streichen, Rakeln, Sprühen, Gießen, Flatschen oder Beträufeln aufbringt.

17. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß man

a) eine Folie aus Komponente B mit einem Stoff aus Komponenten A in Kontakt bringt,

b) ein für Komponente B geeignetes Lösungsmittel zusetzt, daß sich die vorgelegte Folie auflöst, nicht aber auflöst und

c) das so entstandene Produkt trocknet.

18. Verfahren nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß man zunächst ein für Komponente B geeignetes Lösungsmittel zugesetzt und dann mit der Komponente A bestreut.

19. Verfahren nach Anspruch 17 oder 18, dadurch gekennzeichnet, daß man die Schritte a, b mehrmals wiederholt.

20. Verfahren nach Anspruch 17 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß man flächenförmige Absorptionsmittel vor oder nach dem letzten Trocknen mit einer Folie aus Komponente B abgedeckt.

21. Verfahren nach Anspruch 17 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß man das Lösungsmittel für Komponente B durch Streichen, Rakeln, Sprühen, Gießen, Flatschen oder Beträufeln aufbringt.

22. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß man

a) ein für Komponente B geeignetes Lösungsmittel mit Komponenten A mischt,

b) eine Folie aus Komponente B mit dieser Mischung kontaktiert und

c) das so erhaltene Produkt trocknet.

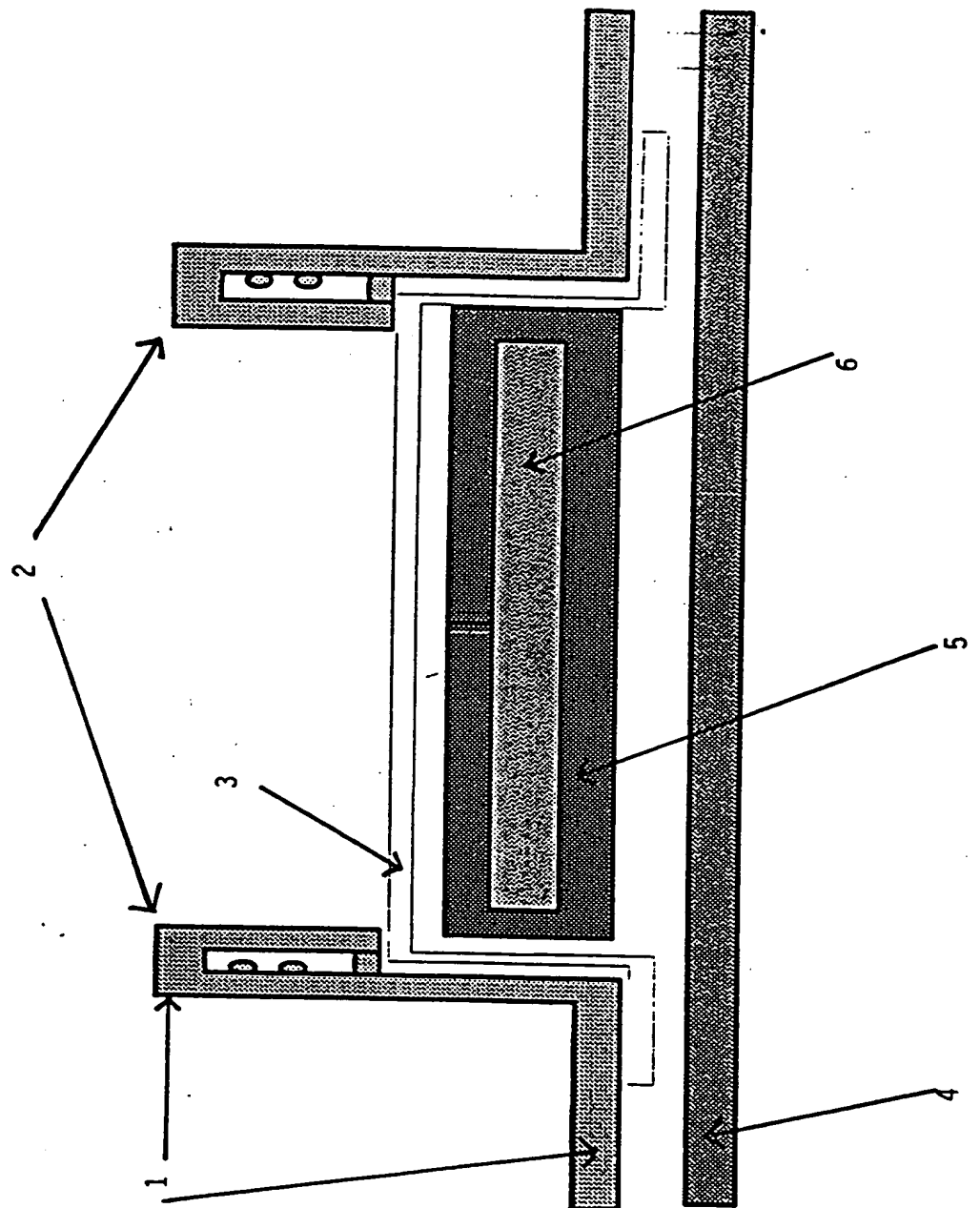
23. Verfahren nach Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, daß man die Schritte a, b mehrmals wiederholt.

24. Verfahren nach Anspruch 22 oder 23, dadurch gekennzeichnet, daß man das aus Stufe c erhaltene Produkt abschließend mit einer Folie aus Komponente B abdeckt.

25. Verfahren nach Anspruch 22 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daß man das Lösungsmittel für Komponente B auf Komponente A durch Sprühen, Gießen, Flatschen oder Beträufeln aufbringt.
26. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß man
- a) eine Folie aus Komponente B mit einem Polymeren aus Komponente A bestreut und
 - b) das Polymere gemäß Anspruch 2 bis 4 thermisch und/oder unter Druck in die Folie fixiert.
27. Verfahren nach Anspruch 26, dadurch gekennzeichnet, daß man das in Stufe b) erhaltene Produkt vor einer Wärmebehandlung mit einer weiteren Folie aus Komponente B abdeckt.
28. Verfahren nach Anspruch 25, dadurch gekennzeichnet, daß man das in Stufe b) erhaltene Produkt nach der Wärmebehandlung mit einer Folie abdeckt.
29. Verfahren nach Anspruch 26 oder 27, dadurch gekennzeichnet, daß man die Verfahrensschritte beliebig oft wiederholt.
30. Verfahren zur Herstellung eines flächenförmigen Absorptionsmittels nach Anspruch 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß man Komponente A beim Extrudieren von Komponente B in diese einbringt.
31. Verfahren nach Anspruch 13 bis 30, dadurch gekennzeichnet, daß man zum Aufstreuen der Komponente A eine Schablone verwendet, welche eine definierte Anordnung der Komponente A in der Komponente B ermöglicht.
32. Verwendung der Wasser und wäßrige Flüssigkeiten absorbierenden Fläche nach den Ansprüchen 1 bis 11 in Hygieneartikeln im sanitären und medizinischen Bereich zur Aufnahme von Wasser oder Körperflüssigkeiten.
33. Verwendung der Wasser und wäßrige Flüssigkeiten absorbierenden Fläche nach den Ansprüchen 1 bis 11 direkt oder als Komponente in natürlichen und/oder künstlichen Böden zur Pflanzenzucht oder zum Transport und zur Lagerung von Pflanzen oder Pflanzenteilen.
34. Verwendung der Wasser und wäßrige Flüssigkeiten absorbierenden Fläche nach den Ansprüchen 1 bis 11 als wasserblockierendes Isolationsmaterial für Rohre und Leitungen, insbesondere für elektrische und lichtleitende Kabel.
35. Verwendung der Wasser und wäßrige Flüssigkeiten absorbierenden Fläche nach den Ansprüchen 1 bis 11 als wasserblockierendes Isolationsmaterial für Baukonstruktionen, insbesondere für Außenmauern.
36. Verwendung der Wasser und wäßrige Flüssigkeiten absorbierenden Fläche nach den Ansprüchen 1 bis 11 direkt oder als flüssigkeitsaufnehmende und/oder flüssigkeitsspeichernde Komponente in Verpackungsmaterialien.
37. Verwendung der Wasser und wäßrige Flüssigkeiten absorbierenden Fläche nach den Ansprüchen 1 bis 11 als Teil in Bekleidungsstücken.
38. Verwendung der Wasser und wäßrige Flüssigkeiten absorbierenden Fläche nach den Ansprüchen 1 bis 11 als Speicher zur kontrollierten Freisetzung eines Wirkstoffs.
39. Chemisch-technische Produkte, enthaltend eine Zusammensetzung nach den Ansprüchen 1 bis 11 oder hergestellt gemäß den Ansprüchen 12 bis 14.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

- L ers ite -



Figur 2:
Windelkonstruktion

B65D 81125

Nummer: DE 195 05 708 A1
Int. Cl.⁸: B 01 J 20/28
Offenlegungstag: 22. August 1996

Figur 1:
Steurahmen

